



中华人民共和国国家标准

GB/T 10336—2002
eqv ISO 16065-1:2001

造纸纤维长度的测定 偏振光法

Pulps—Determination of fiber length by automated optical
analysis—Polarized light method

2002-10-15 发布

2003-04-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准是对 GB/T 10336—1989《造纸纤维长度的测定法》的修订。

本标准等效采用国际标准 ISO 16065-1:2001《浆——用自动光学分析法测定纤维长度——第 1 部分：偏振光法》。

本标准自实施之日起，同时代替 GB/T 10336—1989。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国造纸工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：中国制浆造纸研究院、成都印钞公司、美卓自动化(kajaani 分析仪)公司。

本标准主要起草人：王菊华、田德卿、薛崇昀、林莉。

本标准由全国造纸工业标准化技术委员会负责解释。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是国际标准化团体(ISO 成员)的全球性联合体。国际标准的制定工作通常由 ISO 技术委员会完成,其中每一成员国对技术委员会曾经发布的标准感兴趣的,都有权向委员会表达其意见。与 ISO 有关的政府的或非政府的国际组织也可参与这项工作。ISO 与国际电工委员会(IEC)在电工标准方面有密切联系。

国际标准是根据 ISO/IEC 导则 第 3 部分的规定起草的。

国际标准的草案要经过技术委员会各个成员的投票表决才能正式通过。作为国际标准的正式发布要求达到不低于 75% 的投票率。

提请注意,ISO 16065 的这一部分的某些要素可能涉及到专利权的问题。ISO 对识别任何或所有的这种专利权将不负任何责任。

ISO 16065-1 是由 ISO/TC 6 纸、纸板和纸浆技术委员会 SC 5 纸浆的试验方法和质量规范分委员会起草的。

ISO 16065-1 有以下部分组成,在总题目《浆——用自动光学分析法测定纤维长度》以下:

- 第 1 部分:偏振光法;
- 第 2 部分:非偏振光法。

中华人民共和国国家标准

造纸纤维长度的测定 偏振光法

GB/T 10336—2002
eqv ISO 16065-1:2001

代替 GB/T 10336-1989

Pulps—Determination of fiber length by automated optical
analysis—Polarized light method

1 范围

本标准规定了用偏振光法测定造纸纤维长度的方法。

本标准适用于测定各种纸浆的纤维长度。小于 0.2 mm 的纤维碎片在本标准中不认为是纤维,在计算结果中将不包括进去。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 740—1989 纸浆试样的采取 (eqv ISO 7213:1981)

GB/T 741—1989 纸浆分析试样水分的测定法 (neq ISO 638:1978)

GB/T 5399—1985 纸浆浓度的测定 快速法 (neq ISO 4119:1978)

QB/T 1462—1992 纸浆实验室的湿解离

3 定义

本标准采用下列定义。

3.1 非偏振光 unpolarized light

由光波组成的光,其光波的振动面是随机排列的,称为非偏振光。

3.2 偏光器 polarizer

一种物质只能透过光线中在特定方向振动的某种光波,这就是该物质的偏振方向。

3.3 偏振光平面 plane polarized light

由光波组成的光,其光波全在同一个平面上振动,此平面称为偏振光平面。

3.4 正交偏光镜 crossed polarizers

一对偏光镜安装在光路上,一个偏光镜的偏振方向与另一个的偏振方向互为直角。这样光线就不能从一个偏光镜直接透过另一个偏光镜,这对偏光镜称为正交偏光镜。

3.5 双折射 birefringence

某些物质的性质,例如纤维束纤维,具有晶体结构,能使光线的折射指数随偏振光方向而改变。于是透过纤维束纤维的光线就能透过正交的偏光镜,这种现象称为双折射。

3.6 数量平均纤维长度 mean length

所测纤维的总长度除以总根数即为数量平均纤维长度,用 L 表示。

3.7 长度-重量平均纤维长度 length-weighted mean length

由长度计算的重量平均纤维长度,用 L_1 表示。

3.8 质量-重量平均纤维长度 mass-weighted mean length

由质量计算的重量平均纤维长度,用 L_w 表示。

注1:质量-重量平均纤维长度早先称为重量-重量平均纤维长度。

4 原理

悬浮在水中的纤维,流经一个纤维定向室(FOC),纤维作定向排列。每根纤维的投影长度便自动地被测量出来。一组正交的偏光镜用来区分纤维和纤维以外的物质,如气泡。气泡不能使偏振面旋转。于是数量平均纤维长度和重量平均纤维长度,以及长度分布便可计算出来。

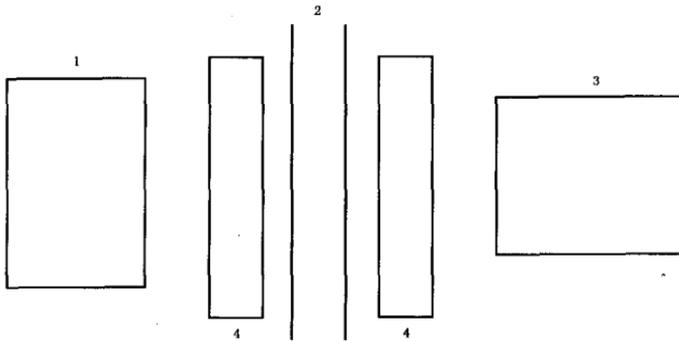
5 设备及材料

常规的试验室设备及下述设备。

5.1 纤维长度分析仪(如图1):由测量部及样品输送系统组成,测量部有个纤维定向室(FOC),悬浮在液体中的纤维从此流过。在FOC的一边有一个照度均匀的光源,而在对边为一个光敏器阵列。在FOC的两边还装有正交的偏振光滤光片,装在光源与光敏器阵列之间。光敏器阵列从纤维图像光中可以探测到纤维长度,因为纤维所产生的双折射光能透过第二个偏光镜,图像的长度就是纤维的长度。水流使纤维在一个平面槽或一个管道里定向流动,平面槽或管道厚度在光路方向应不大于0.5 mm。分析仪的分辨能力应等于或优于100 μm ,测定范围应为0 mm~7 mm。

注2:流过纤维的毛细管宽度不大于0.5 mm,已能满足用投影光测量的精度需要。

至少应有90%的透射光谱落在探测器的敏感区,正交偏光器的消光能力应超过99%。对于0.1 mm或0.1 mm以上的纤维探测器的探测效率应100%有效。



1—光源;2—FOC;3—光敏器;4—偏光镜

图1 测量原理图

5.2 解离器 应符合GB/T 1462的规定。

5.3 玻璃移液管 体积(50±0.5)mL,管口敞开,直径不小于5 mm,取样体积为50 mL。

5.4 校准纤维 选用粘胶(Rayon)或其他适宜材料的纤维,其长度约为0.5 mm、3.0 mm及7.0 mm。此纤维应由仪器制造者提供,每种都应有稳定的平均长度及长度分布数据。

5.5 参比纸浆以浆片的形式提供。

6 取样及样品制备

6.1 取样

如果试验目的是为了评价某一批纸浆的质量,取样按 GB/T 740 进行。如果取样不同,则需注明样品来源,如有可能还应注明所使用的取样方法。从所收到的样品中采取试样,应使试样能够代表整个样品。

6.2 解离

如果试样是干的,应按 GB/T 741 测定其绝干物含量。如果试样是糊状物,应按 GB/T 5399 测定其浓度。

注 3: 建议在测定未经干燥的浆样时,不必解离。因为过度的解离会产生碎片,降低某些浆样的纤维长度。

如果试样处于干的状态,将试样撕成小片时应先浸泡,并从浆片的整个厚度上撕取,不应用切的方式取样,因为这样做会使纤维变短。浸湿试样的取样方法按 QB/T 1462 进行。试样解离时所用的试样浸泡时间、绝干浆用量、解离时的用水量以及解离器转数,均按 QB/T 1462 中的规定进行。

注 4: 有的纸浆含有纤维束,测定其纤维长度很困难,因为纤维束会堵塞纤维流通槽。如果发现堵塞,建议用筛子将其筛掉。筛除可能影响结果,因为筛除的纤维束中可能含有长纤维。特别长的一些纤维(如大麻、棉花、亚麻),如果出现纤维定向室堵塞问题,就需采取特殊的样品制备技术。

6.3 浆料稀释

浆料解离后,需要确认纤维分离是否恰当,是否所有的纤维都分散开了,然后在搅动状态下取用一部分。将所取用的部分,用水稀释至 5 L。对于针叶木浆其浓度约为 0.010%~0.025%(质量分数),对于阔叶木浆约为 0.004%~0.010%(质量分数),对于混合浆则按阔叶木浆的要求处理。如有必要,悬浮液的稀释可按仪器说明书进行。

7 试验步骤

使用移液管从不断搅动的稀释试样中吸取 50 mL 作为试验用,悬浮液应不断地搅动,以确保能均匀混合。取样时移液管需同时作水平和垂直运动,然后按照仪器使用说明书进行纤维测定操作。测量的纤维根数,最少应能达到其平均值相差不大于 0.01 mm(也就是经过多次的纤维测量,其长度平均值的差异应不大于 0.01 mm)。如果仪器不能提供一致的纤维长度值,建议测量根数应至少为 5 000 根。

7.1 仪器校准方法

应定期检查分析仪的运行状态,并经常进行清洗,每星期用校准纤维对其精确度检查一次,每个月对仪器的运行性能检查一次。

7.1.1 用校准纤维检查仪器精确度

使用校准纤维(5.4)进行仪器校准,三种具有不同长度的纤维都应使用。校准时,记录的纤维根数应最少 6 000 根,或变异系数(CV)应达到 1%。每次校准都应取新样品。

注 5: 在做精确度检查时,只使用当天做分散处理的校准纤维,因为粘胶纤维有絮凝作用。

从悬浮液中取样时,不应采用旋转运动方式搅动,而应将移液管同时作水平及垂直运动。应确认纤维没有絮凝,如果发生絮凝,仪器精确度检查就不能进行。

注 6: 纸浆纤维悬浮液应不断地搅动,以避免纤维沉淀,这一点非常重要。

将测定所得的纤维长度数据与制造厂提供的校准纤维的数据作比较,如果校准检查的结果超出规定的公差限值,应清洗系统并重新进行校准试验。如果新的数据仍然超过其公差限值,则应遵照仪器制造厂的建议进行。

7.1.2 用参比浆作仪器性能检查

校准检查并不能对分析仪的运行性能做出足够的反映,每月仍需用参比纸浆(5.5)纤维进行性能检查。按照以上本标准所述方法制备和分析参比浆试样。将试验数据与厂方提供的仪器性能检查数据相

对比,对于化学浆的长度-重量平均纤维长度,其公差限值应为±1.5%。

如果检验值超出规定的公差限值,则清洗设备后再进行检查。如果数据仍超过规定限值,则需与分析仪器制造厂联系,要求技术服务。

可自选一种适当的浆料作为参比浆,并测定出一套数据作常规比较使用。

8 计算与结果表示

8.1 计算方法

测量计算每个长度级 l_i 中的纤维根数 n_i 。每级纤维的数量百分含量 f_i ,由式(1)计算得出。

$$f_i = \frac{n_i}{\sum n_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

每级纤维的长度-重量百分含量 f'_i ,由式(2)计算得出。

$$f'_i = \frac{n_i l_i}{\sum n_i l_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: n_i ——第 i 级的纤维根数;

l_i ——第 i 级纤维的总长度值,mm;

$\sum n_i$ ——第 i 级中的纤维总数;

$\sum n_i l_i$ ——各级 n_i 乘以 l_i 的总和。

8.2 算术测量值的计算

8.2.1 长度值

以下算术值的计算为常规计算(另有一些质量指标可为特殊目的而计算):

a) 数量平均纤维长度(L)由式(3)计算得出。

$$L = \frac{\sum n_i l_i}{\sum n_i} \quad \dots\dots\dots (3)$$

注7: 数量平均纤维长度往往不是最有意义的纤维长度指标,因为它受短纤维的影响较大,常用的较好的表示方法应为长度-重量平均纤维长度。

b) 长度-重量平均纤维长度(L_l)由式(4)计算得出。

$$L_l = \frac{\sum n_i l_i^2}{\sum n_i l_i} \quad \dots\dots\dots (4)$$

c) 质量-重量平均纤维长度(L_w)由式(5)计算得出。

$$L_w = \frac{\sum n_i l_i^3}{\sum n_i l_i^2} \quad \dots\dots\dots (5)$$

注8: 长度-重量平均纤维长度的解释是假定所有的纤维都具有相同的粗度(coarseness)。而质量-重量平均纤维长度的解释是假定纤维粗度与纤维长度成比例,这里不包括机械浆。

8.2.2 变异系数

从频数分布计算变异系数 $CV(\%)$,由式(6)计算得出。

$$CV = \frac{S}{L} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中: CV ——变异系数,%;

S ——标准偏差,mm;

L ——数量平均纤维长度,mm。

式(6)中的标准偏差 S (mm),应由式(7)计算得出。

$$S = \left\{ \frac{\sum (l_i - L)^2 n_i}{\sum n_i} \right\}^{1/2} \quad \dots\dots\dots (7)$$

如果 L 和 L_1 已经计算出来,则变异系数可用式(8)计算得出。

$$CV = 100\% \times \left\{ \frac{L_1}{L} - 1 \right\}^{1/2} \dots\dots\dots (8)$$

8.2.3 频数分布的表示

如果要求长度分布曲线图,可用下述方法表示。

- 使用一个频数分布图表,以长度为函数,来表示各长度级中纤维的数量及数量百分数;
- 使用一个累计频数分布图,以长度为函数,来表示某一长度规定值内的纤维百分数。

8.3 精确度

本标准所陈述的精确度是以 1997 年 PAPTAC 所作的工作为基础的,而精确度的计算值是以取自 NIST 的两批浆样为基础的。

8.3.1 重复性

两个试样,一个阔叶木浆,一个针叶木浆,试验在同一个试验室中进行,每个样品作 10 次平行试验,结果如表 1。

表 1

样 品	质量-重量平均长度 L_w mm	变异系数 %
阔叶木浆	0.65	1.5
针叶木浆	2.22	1.0

8.3.2 再现性:两个试样,一个阔叶木浆,一个针叶木浆,试验在 11 个实验室中进行,结果如表 2。

表 2

样 品	质量-重量平均长度 L_w mm	变异系数 %
阔叶木浆	0.65	3.1
针叶木浆	2.22	2.9

9 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 本标准号;
- b) 试验时间与地点;
- c) 样品鉴定的全部资料;
- d) 使用仪器的型号;
- e) 所测纤维的总数;
- f) 长度-重量平均纤维长度及质量-重量平均纤维长度,如有要求,还应包括数量平均纤维长度;
- g) 如果要求分布曲线图,则需做出频数分布图及累计频数分布图;
- h) 如有要求,还需注明计算所用的组距;
- i) 如有要求,还需注明每个长度级中的纤维数;
- j) 对试验结果可能影响的任何操作,不管本标准中有无明确规定都应加以说明。